

09/936317

518 Rec'd PCT/PTO 11 SEP 2001

DOCKET NO. SHI-017-USA-PCT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Application of:
K. MIYAZAWA, et al.

Serial No.: Corresponding to PCT/JP01/00075
filed January 11, 2001

Filed: Concurrently Herewith

For: Microgel And External Compositions Containing The Same

CLAIM FOR PRIORITY

Honorable Commissioner of
Patents and Trademarks
Washington, D.C. 20231

Sir:

The benefit of the filing dates of the following prior foreign applications filed in Japan are hereby requested for the above identified application and the priority provided in 35 U.S.C. 365 is hereby claimed:

Japanese patent application No. 2000/2610 filed January 11, 2000

Japanese patent application No. 2000/2611 filed January 11, 2000

Japanese patent application No. 2000/94307 filed March 30, 2000

Japanese patent application No. 2000/94308 filed March 30, 2000

In support of this claim, certified copies of said original foreign applications were filed with the International Bureau on April 6, 2001 as evidenced by form PCT/IB/304, which is attached.

It is requested that the file of this application be marked to indicate that the requirements of 35 U.S.C. 365 have been fulfilled and that the Patent and Trademark Office kindly acknowledge receipt

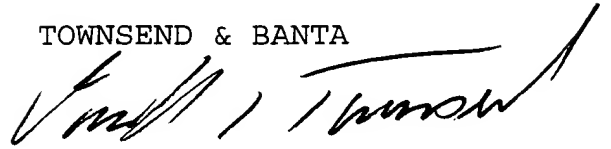
100-443888-100

THIS PAGE BLANK (USPTO)

of these documents.

Respectfully submitted,

TOWNSEND & BANTA

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Donald E. Townsend', written over a horizontal line.

Donald E. Townsend
Reg. No. 22,069

TOWNSEND & BANTA
1225 Eye Street, N.W.
Suite 500
Washington, D.C. 20005
(202) 682-4727

Date: September 11, 2001

THIS PAGE BLANK (USPTO)

094936317

PCT/JP01/00075

23.03.01

日 本 国 特 許

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

庁	
REC'D 06 APR 2001	
WIPO	PCT

JP01/75

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年 1月11日

Eku

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-002610

出 願 人

Applicant(s):

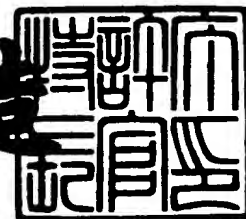
株式会社資生堂

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2001年 2月 2日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3003998

【書類名】 特許願

【整理番号】 S01-99020

【提出日】 平成12年 1月11日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C09K 3/00
A61K 7/00

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市港北区新羽町 1 0 5 0 番地 株式会社資
生堂第一リサーチセンター内

【氏名】 宮沢 和之

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市港北区新羽町 1 0 5 0 番地 株式会社資
生堂第一リサーチセンター内

【氏名】 金田 勇

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市港北区新羽町 1 0 5 0 番地 株式会社資
生堂第一リサーチセンター内

【氏名】 梁木 利男

【特許出願人】

【識別番号】 000001959

【氏名又は名称】 株式会社資生堂

【代表者】 弦間 明

【代理人】

【識別番号】 100098800

【弁理士】

【氏名又は名称】 長谷川 洋子

【電話番号】 03-3669-0511

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 056410

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 増粘剤の製造方法および化粧料

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ゲル化能を有する親水性化合物を、水または水性成分に溶解した後、ゲルを形成し、次いで、該ゲルを粉碎して平均粒径 0.1～1000 μ m のマイクロゲルとすることにより増粘剤を得る、増粘剤の製造方法。

【請求項 2】 ゲル化能を有する親水性化合物が、寒天、カラギーナン、カードラン、ゼラチン、ジェランガム、アルギン酸の中から選ばれる 1 種または 2 種以上である、請求項 1 記載の増粘剤の製造方法。

【請求項 3】 ゲル化能を有する親水性化合物に加えて、さらに、ゲル化能をもたない増粘性化合物を含有する、請求項 1 または 2 記載の増粘剤の製造方法。

【請求項 4】 ゲル化能をもたない増粘性化合物が、キサンタンガム、サクシノグリカン、ポリアクリル酸、ポリエチレングリコール、ポリアクリルアミド、ポリアルキルアクリルアミド／ポリアクリルアミドコポリマーの中から選ばれる 1 種または 2 種以上である、請求項 3 記載の増粘剤の製造方法。

【請求項 5】 請求項 1～4 のいずれか 1 項に記載の製造方法により得られる増粘剤。

【請求項 6】 粘度が 2,000～1,000,000 mPa・s (B 型粘度計、25℃) である、請求項 5 記載の増粘剤。

【請求項 7】 請求項 5 記載の増粘剤を含有する化粧料。

【請求項 8】 水溶性薬剤成分および塩類の中から選ばれる 1 種または 2 種以上をさらに含有する、請求項 7 記載の化粧料。

【請求項 9】 水溶性薬剤成分および塩類の中から選ばれる 1 種または 2 種以上を化粧料全量中に 0.01～20 重量%含有する、請求項 8 記載の化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明はおもに化粧品、医薬品等の分野に用いられる増粘剤に関する。さらに

詳しくは、べたつき感がなく、優れた使用性を有するとともに、水溶性薬剤成分や塩類などを多配合した場合でも系の粘度低下を引き起こすことなく、さらに長期にわたって安定で離水等の生じない、新規な増粘剤の製造方法、該方法により得られる増粘剤、および該増粘剤を含有する化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来、化粧料の増粘方法として、キサンタンガム等の多糖類、ポリアクリル酸等の親水性合成高分子、ベントナイト等の粘土鉱物などを増粘剤として用いる方法が知られている。

【0003】

しかしながら、キサンタンガム等の多糖類を増粘剤として用いた場合、水溶性薬剤成分や塩類を同時配合した系での安定性は優れるものの、べたつき感がするなど使用性の面において不具合があった。また、ポリアクリル酸等の親水性合成高分子を用いた場合、べたつき感がなく、さっぱり感が得られ、使用性が良好であるものの、耐塩性、耐イオン性が低いため、水溶性薬剤成分や塩類を多配合した場合、系の粘度低下等を引き起こすという不具合があった。さらに、ベントナイト等の粘土鉱物を増粘剤として用いた場合、きしみ感が感じられるなど使用性の点で問題があった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、べたつき感、きしみ感がなく、優れた使用性を有し、しかも、水溶性薬剤成分や塩類を高配合した場合であっても粘度低下をきたすことがなく、さらに長期にわたって安定で離水等の生じない、新しいタイプの増粘剤を得ることを目的とするものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】

上記課題を解決するために本発明者らは鋭意研究を重ねた結果、従来よりゲル化剤として用いられている寒天などのゲル化能を有する化合物を、固化してゲル化させた後、これを粉砕してミクロゲルとしたものを増粘剤として用いることに

より、べたつき感がなく、しかも従来の増粘剤の使用の際に問題となっていた、水溶性薬剤成分や各種塩類等の成分を高配合しても系の粘性低下の問題を生じないことを見出し、本発明を完成するに至った。

【 0 0 0 6 】

すなわち本発明は、ゲル化能を有する親水性化合物を、水または水性成分に溶解した後、ゲルを形成し、次いで、該ゲルを粉碎して平均粒径 0. 1 ~ 1 0 0 0 μ m のマイクロゲルとすることにより増粘剤を得る増粘剤の製造方法に関する。

【 0 0 0 7 】

また本発明は、上記製造方法により得られる増粘剤に関する。

【 0 0 0 8 】

また本発明は、上記増粘剤を含有する化粧品に関する。

【 0 0 0 9 】

【発明の実施の形態】

以下、本発明について詳述する。

【 0 0 1 0 】

本発明の増粘剤の製造方法に用いられるゲル化能を有する親水性化合物としては、ゲル化能を有する水溶性化合物であって、化粧品、医薬品分野で用いられ得るものであれば特に限定されるものでない。具体的には、ゼラチン、コラーゲン等のゲル化能を有する親水性タンパク質や、寒天、カドラン、スクレログルカン、シソフィラン、ジェランガム、アルギン酸、カラギーナン、マンナン、ペクチン、ヒアルロン酸等の親水性多糖類等が例示される。中でも、ゼラチン、寒天、カドラン、ジェランガム、アルギン酸、カラギーナンは、塩やイオンの影響を受け難く、安定なゲルを調製可能であることから特に好ましく用いられる。ゲル化能を有する親水性化合物は 1 種または 2 種以上を用いることができる。

【 0 0 1 1 】

続いて、これらゲル化能を有する親水性化合物を、水または水性成分に溶解した後、ゲルを形成する。上記化合物の水または水性成分への溶解は、混合、加熱等によって行うことができる。またゲル化は、溶解後、加熱を止めてゲル化温度（固化温度）より低温となるまで放置するなど、常法により行うことができる。

【0012】

水性成分としては、化粧品、医薬品分野において用いられ得る水性成分であれば特に限定されるものでなく、例えば1, 3-ブチレングリコール、プロピレングリコール等のグリコール類や、メタノール、エタノール、プロパノール等の低級アルコールのほか、一般に化粧料の水相成分として配合される成分を含有することができる。具体的には、メタリン酸塩、エデト酸塩等のキレート剤や、pH調整剤、防腐剤等が例示されるが、これら例示に限定されるものでない。

【0013】

上記ゲルのゲル強度は、ゲル自体がその形状を維持でき、また次工程のマイクロゲルを得ることができる程度のものであれば特に限定されるものでない。本発明では、例えばゼリー強度 30 g/cm^2 (日寒水式測定) 程度のかなり弱いゲル強度でもマイクロゲルを得ることができる。

【0014】

なお、上記ゲル化能を有する親水性化合物とともに、さらに使用感を変えるため等の目的から、ゲル化能をもたない増粘性化合物を併用してもよい。ゲル化能をもたない増粘性化合物としては、ポリアクリル酸、ポリエチレングリコール、ポリアクリルアミド、ポリアルキルアクリルアミド／ポリアクリルアミドコポリマー、カルボキシメチルセルロース、カチオン化セルロース、ブルロニックをはじめとする親水性合成高分子や、キサンタンガム、サクシノグリカン、グアーガム、ローカストビーンガムをはじめとする親水性天然高分子のほか、ラボナイト、ベントナイト、スメクタイト等の親水性粘土鉱物等の親水性増粘性化合物が例示される。また、これらゲル化能をもたない親水性の増粘性化合物を併用することにより、得られるゲルのゲル強度を自在に調整することができる。ゲル化能をもたない増粘性化合物の配合割合を増加させることによりゲル強度は低下する。ゲル化能をもたない増粘性化合物として、キサンタンガム、サクシノグリカン、ポリアクリル酸、ポリエチレングリコール、ポリアクリルアミド、ポリアルキルアクリルアミド／ポリアクリルアミドコポリマーが特に好ましい。またこれら化合物の塩も好ましく用いられる。ゲル化能をもたない増粘性化合物は1種または2種以上を用いることができる。

【0015】

ゲル化能をもたない親水性の増粘性化合物の配合割合は、目的とする増粘剤の用途等により異なるが、ゲル化能を有する親水性化合物に対して1～100重量%程度の割合で配合することができる。

【0016】

次いで、上記形成されたゲルをホモジナイザー、ディスパー、メカニカルスターラー等により破碎し、望みのマイクロゲルを得る。マイクロゲルの平均粒径は0.1～1000 μ m程度が好ましく、特には1～200 μ m程度であるが、破碎の度合いは目的に応じて調節可能であり、より滑らかな使用性が必要とされる場合には高速攪拌により十分に破碎し、細かな粒径のマイクロゲルとし、一方、マイクロゲル自体の触感を必要とする場合には軽い攪拌により破碎の度合いを弱めてやや大き目の粒径のマイクロゲルとする。

【0017】

このようにして得られるマイクロゲルの粘度は、用途に応じて必要とされる粘度が異なり、一概にいえないが、例えば寒天を用いた場合、寒天濃度0.5～2%程度で、B型粘度計（回転数0.6rpm、25℃）による測定で2,000～1,000,000mPa.s程度のものが好ましい。

【0018】

本発明により得られるマイクロゲルを増粘剤として化粧品等に用いることにより、使用感の向上（べたつき感のなさ）を図ることができるとともに、水溶性薬剤成分や塩類などを高配合、例えば化粧品全量中に20重量%程度含有させた場合でも、系の粘度の低下を生じることがなく、化粧料の系の粘性を維持することが可能となった。また長期にわたって安定で離水等を生じることがない。なお、水溶性薬剤成分や塩類等の配合量は、これら成分の配合による所期効果を得るためには化粧品全量中に0.1重量%程度以上とするのが好ましい。

【0019】

上記水溶性薬剤成分としては、ビタミン類、抗炎症剤、抗菌剤等が例示される。水溶性薬剤成分の具体例としては、ビタミンB、P、水溶性ビタミンA、D等のビタミン類およびその誘導体、パントテニールエチルエーテル、カルシウムバ

ントテネート、グリチルリチン、グリチルリチン酸塩、グリチルレチン、グリチルレチン酸塩、ローヤルゼリー、ポリフェノール、ニコチン酸およびその誘導体（例えばニコチン酸アミド）、レゾルシン、イオウ、サリチル酸およびその誘導体、尿素、キシリトール、トレハロース等が挙げられる。

【0020】

また塩類としては、有機酸塩、アミノ酸塩、無機塩などが挙げられる。有機酸塩としては、クエン酸、乳酸、シュウ酸、スルホン酸等の塩酸塩、金属塩（ナトリウム塩、カリウム塩）、アミン塩などが例示される。アミノ酸塩としては、グリシン、アラニン、プロリン、リジン、アスパラギン酸、グルタミン酸等の塩酸塩、金属塩（ナトリウム塩、カリウム塩）、アミン塩などが例示される。無機塩としては、ナトリウム、カリウム、マグネシウム、カルシウム等の炭酸塩、リン酸塩、硝酸塩、ホウ酸塩、硫酸塩、亜硫酸塩、ハロゲン化合物（塩化ナトリウム、塩化カリウム等）のうち、水溶性のものが挙げられる。

【0021】

なお、従来、寒天、カラギーナン、カードラン、ゼラチン等のゲル化能を有する化合物を増粘剤として用いることもあったが、その場合、これら化合物を加熱、溶解し、攪拌しながら徐冷することにより、固化（ゲル化）させることなく粘稠な状態を得ていた（例えば、特開平11-209262号公報、等）。しかしながら、上記従来法に示すようにゲル化能を有する化合物を攪拌しながら徐冷して増粘剤とする場合、系の増粘の程度に限界がある。特に水溶性薬剤成分や塩類等を配合した場合、系の粘度低下が生じる。これに対し本発明では、これら化合物をいったん完全にゲル化（固化）した後、これを粉砕してマイクロゲルとしたものを増粘剤として用いる。このようにして得られる本発明増粘剤は、従来化粧料に用いられてきた増粘多糖類あるいは合成高分子増粘剤と異なり、分子レベルの絡み合いにより増粘効果を発揮するものではなく、ゲルを粉砕したマイクロゲル同士の摩擦によるものである。したがって、高分子溶液に特徴的な曳糸性は全くみられず、非常にさっぱりとした使用感を実現することができる。また、高分子溶液は配合する薬剤、塩等による影響を受けて粘度低下を起こし、配合が制限される場合があるが、本発明の場合そのような心配がなく、化粧料等の処方幅を広

げることができる。

【 0 0 2 2 】

本発明により得られる増粘剤を化粧品に配合して用いる場合、通常、化粧品に配合し得る添加成分、例えば、保湿剤、防腐剤、粉体、色素、香料、pH調整剤等を、本発明の目的、効果を損なわない範囲内で適宜配合することができる。

【 0 0 2 3 】

本発明製造方法により調製したミクロゲルは、そのまま水性化粧品に用いてもよく、あるいは通常の高分子系増粘剤と同様に乳液、クリームのようなエマルションにも配合可能である。また、ヘアセット剤、ヘアクリーム、ボディー用品にも利用できる。

【 0 0 2 4 】

【実施例】

以下に本発明を実施例に基づいてさらに詳細に説明するが、本発明はこれによりなんら限定されるものでない。

【 0 0 2 5 】

(実施例 1 ～ 1 4、比較例 1 ～ 7)

下記表 1、2 に示す組成の増粘剤を調製した。

【 0 0 2 6 】

実施例 1 ～ 1 4 では各成分を混合、9 0℃に加熱、溶解した後、除冷し、ゲルを形成した。このゲルをホモジナイザーを用いて粉碎し、ミクロゲル（平均粒径 1 0 0 μ m）を製造した。

【 0 0 2 7 】

一方、比較例 1 ～ 7 では、各成分を混合した後、常温でそのまま 1 2 時間放置して増粘剤を得た。

【 0 0 2 8 】

実施例 1 ～ 1 4、比較例 1 ～ 7 で得られた試料を用いて、増粘効果、使用性（べたつき感のなさ）、長期安定性について下記評価基準により評価した。結果を表 1、2 に示す。なお、表 1、2 中、「ポリアクリル酸ナトリウム」は、「ハイビスワコー 1 0 5」（和光純薬社製）を水酸化ナトリウム水溶液により中和し P

H7としたものを用いた。

【0029】

〔増粘効果〕

得られた試料を、B型粘度計を用いて粘度（25℃）を測定し、増粘効果を評価した。

（評価）

- ◎： 増粘効果に非常に優れる（粘度50,000 mPa・s以上）
- ： 増粘効果に優れる（粘度5,000～50,000 mPa・s未満）
- △： 増粘効果があまりみられない（粘度500～5,000 mPa・s未満）
- ×： 増粘効果がみられない（粘度500 mPa・s未満）

【0030】

〔さっぱり感（べたつき感のなさ）〕

女性パネル（20名）に、各試料を実際に使用してもらい、その使用感を下記基準により評価した。

（評価）

- ◎： 18名以上が、べたつき感がないと回答
- ： 15～17名が、べたつき感がないと回答
- △： 6～14名が、べたつき感がないと回答
- ×： 5名以下が、べたつき感がないと回答

【0031】

〔長期安定性（離水のなさ）〕

40℃にて1ヵ月間保存後の離水の程度を目視により観察し、下記評価基準により評価した。

（評価）

- ◎： 離水がまったくみられなかった
- ： 離水がほとんどみられなかった
- △： わずかに水のしみ出しがみられた
- ×： 水のしみ出しがみられた

【0032】

【表1】

	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
素天	1	2	-	-	-	-	-	2	2	2		
カラギーナン	-	-	1.5	-	-	-	-	-	-	-		
カードラン	-	-	-	3	-	-	-	-	-	-		
セラチン	-	-	-	-	3	-	-	-	-	-		
ジェランガム	-	-	-	-	-	1	-	-	-	-		
アルギン酸	-	-	-	-	-	-	2	-	-	-		
キサンタンガム	0.1	-	0.1	-	0.1	0.2	0.3	-	-	-		
サクシノグリカン	-	0.2	-	0.1	-	-	-	-	-	-		
ポリアクリル酸ナトリウム	-	-	-	-	-	-	-	0.1	-	-		
ポリエチレングリコール (分子量2万)	-	-	-	-	-	-	-	-	1	-		
ポリアクリルアミド (分子量100万)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.3		
ポリアクリルアクリルアミド/ポリアク リルアミドコポリマー (分子量50万)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-		
NaCl	2	2	2	2	2	-	-	5	5	2		
CaCl ₂	-	-	-	-	-	0.5	0.5	-	-	-		
グリシン	-	-	-	-	-	2	2	-	-	-		
グリセリン	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5		
精製水	残余	残余	残余	残余	残余	残余	残余	残余	残余	残余		
調製法	ゲル化後 破砕	ゲル化後 破砕	ゲル化後 破砕	ゲル化後 破砕	ゲル化後 破砕	ゲル化後 破砕	ゲル化後 破砕	ゲル化後 破砕	ゲル化後 破砕	ゲル化後 破砕		
増粘効果 (粘度/mPa・s)	○ (11.5万)	○ (39.5万)	○ (13.5万)	○ (20.5万)	○ (6万)	○ (7.5万)	○ (12万)	○ (40万)	○ (35万)	○ (38.5万)		
使用感 (さっぱり感)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○		
長期安定性	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○		

【0033】

【表 2】

	実施例 11	実施例 12	実施例 13	実施例 14	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4	比較例 5	比較例 6	比較例 7
薬天	2	2	2	2	-	-	-	-	-	-	-
カラギーナン	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
カードラン	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
ゼラチン	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
ジェランガム	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
アルギン酸	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
キサンタンガム	-	0.1	0.1	0.1	-	-	0.5	1	-	-	-
サクシノグリカン	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
ポリアクリル酸ナトリウム	-	0.1	-	-	0.25	0.5	-	-	-	-	-
ポリエチレングリコール (分子量 2 万)	-	-	-	-	-	-	-	-	1	-	-
ポリアクリルアミド (分子量 100 万)	-	-	0.1	-	-	-	-	-	-	0.3	-
ポリアクリルアミド/ポリアク リルアミドコポリマー (分子量 50 万)	0.3	-	-	0.1	-	-	-	-	-	-	0.3
NaCl	5	5	5	5	2	2	2	2	-	-	-
CaCl ₂	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
グリシン	-	-	-	-	-	-	-	-	2	2	2
グリセリン	5	5	5	5	5	5	5	5	-	-	-
精製水	残余	残余	残余	残余	残余	残余	残余	残余	残余	残余	残余
調製法	ゲル化後 破砕	ゲル化後 破砕	ゲル化後 破砕	ゲル化後 破砕	混合のみ	混合のみ	混合のみ	混合のみ	混合のみ	混合のみ	混合のみ
増粘効果 (粘度/mPa・s)	○ (38.5 万)	○ (38 万)	○ (37.5 万)	○ (38.5 万)	× (250)	× (350)	○ (1.5 万)	○ (2.5 万)	× (125)	○ (1.5 万)	○ (10.5 万)
使用感 (さっぱり感)	○	○	○	○	-	-	△	×	-	△	△
長期安定性	○	○	○	○	-	-	○	○	-	○	○

【 0 0 3 4 】

表 1 ～ 2 の結果から明らかなように、本発明による増粘剤は、高濃度の塩存在下においても安定した増粘効果を示すとともに、使用感、長期安定性においても優れたものであった。

【 0 0 3 5 】

(実施例 1 5 ～ 1 6、比較例 8 ～ 9)

下記表 3 に示す組成の試料を調製した。

【 0 0 3 6 】

実施例 1 5、1 6 では各成分を混合、9 0 ℃ に加熱、溶解した後、除冷し、ゲルを形成した。このゲルをホモジナイザーを用いて粉碎し、ミクロゲル (平均粒径 1 0 0 μ m) を製造した。

【 0 0 3 7 】

一方、比較例 8、9 では、各成分を 9 0 ℃ にて混合した後、加熱を止め、常温で放置した。

【 0 0 3 8 】

これら実施例 1 5、1 6、比較例 8、9 で得られた試料の性状を調べたところ、表 3 に示すように、実施例 1 5、1 6 で得られた試料 (ミクロゲル) は粘稠性を示し、一方、比較例 8、9 で得られた試料は増粘性のないゲル (固形) であった。

【 0 0 3 9 】

【表 3】

	実施例 1 5	実施例 1 6	比較例 8	比較例 9
カラギーナン	1	2	1	2
グリセリン	5	5	5	5
精製水	残 余	残 余	残 余	残 余
尿素	5	5	5	5
調製法	ゲル化後破碎	ゲル化後破碎	加熱混合	加熱混合
形状	増粘	増粘	ゲル (固形)	ゲル (固形)

【0040】

(配合例1) 保湿用ジェル

(配 合 成 分)	(重量%)
(1) ジブロピレングリコール	7
(2) ポリエチレングリコール (PEG1500)	8
(3) 寒天	2
(4) アスコルビン酸	1
(5) クエン酸	適 量
(6) クエン酸ナトリウム	適 量
(7) 水酸化ナトリウム	適 量
(8) 精製水	残 余 (9)

防腐剤 適 量

(10) 酸化防止剤 適 量

(11) 香料 適 量

(製法)

(8) に (3) を添加し、90℃で溶解した。これを50℃まで冷却し、残りの(1)、(2)、(4)～(7)、(9)～(11)を添加し、さらに30℃以下に冷却してゲル化させた。十分に固まったところでディスパーを用いてゲルを破碎し、脱気して目的物を得た。なお、(5)～(7)は、系のpH7となるよう配合量を適宜調整した。

【0041】

(配合例2) マッサージクリーム (O/W)

(配 合 成 分)	(重量%)
(1) 固形パラフィン	5
(2) 蜜蝋	10
(3) ワセリン	15
(4) 流動パラフィン	31
(5) グリセリン	4
(6) モノステアリン酸グリセリン	2

(7) POE (20) ソルビタンモノラウリン酸エステル	2
(8) ホウ砂	1
(9) カラギーナン	0.3
(10) サクシノグリカン	0.1
(11) 精製水	残 余
(12) 防腐剤	適 量
(13) 酸化防止剤	適 量
(14) 香料	適 量

(製法)

(1-1) の一部に (8) を加え 70℃ に加熱した (水相)。油分 ((1) ~ (6)) を加熱溶解後、(7) を加え、70℃ に維持した。これを、先に調製した水相に徐添し予備乳化を行った。ホモミキサーにて乳化粒子を均一にした。他方、(11) の残部に (9)、(10) を 90℃ にて溶解し、冷却、ゲル化後、ホモミキサーにて十分に破碎したものを添加し、攪拌、脱気、ろ過、冷却を行った。

【0042】

(配合例3) ヘアセットジェル

(配 合 成 分)	(重量%)
(1) カルボキシビニルポリマー	0.7
(2) ポリビニルピロリドン	2
(3) グリセリン	3
(4) 水酸化ナトリウム	適 量
(5) 塩酸	適 量
(6) エタノール	5
(7) カードラン	1
(8) キサンタンガム	0.2
(9) ポリオキシエチレンオクチルドデシルエーテル	適 量
(10) 香料	適 量
(11) キレート剤	適 量

(12) 精製水

残 部

(製法)

(1) を (3) と一部の (12) で分散した。(2)、一部の (4)、(6)、(9) ～ (11) を残りの (12) に溶解し、これを上記分散液に混合して混合液を得た。(7) を残りの (4) に溶解し、(8) を加えて溶解し、(5) で中和した。これを上記の混合液に混合し、80℃で10分間加熱した後、ホモジナイザーでゲルを破碎し、ろ過、脱気、冷却した。

【0043】

配合例1～3で得られた化粧料はいずれも、増粘性に優れ、べたつき感がなく、さっぱりとした使用感であった。また長期安定性にも優れていた。

【0044】

【発明の効果】

本発明により得られる増粘剤は、従来より増粘剤として用いられている高分子溶液に特徴的な曳糸性は全くみられず、非常にさっぱりとした使用感を実現することができた。また、高分子溶液は配合する薬剤成分、塩等による影響を受けて粘度低下を起こし、配合が制限される場合があったが、本発明増粘剤ではかかる不具合がなく、化粧料の処方幅を広げることができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 ベたつき感、きしみ感がなく、優れた使用性を有し、しかも、水溶性薬剤成分や塩類を高配合した場合であっても粘度低下をきたすことがなく、さらに長期にわたって安定で離水等の生じない、新しいタイプの増粘剤を提供する。

【解決手段】 ゲル化能を有する親水性化合物を、水または水性成分に溶解した後、ゲルを形成し、次いで、該ゲルを粉碎して平均粒径 $0.1 \sim 1000 \mu\text{m}$ のマイクロゲルとすることにより増粘剤を得る増粘剤の製造方法、該方法より得られる増粘剤、および該増粘剤を含有する化粧料。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000001959]

1. 変更年月日	1990年 8月27日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都中央区銀座7丁目5番5号
氏 名	株式会社資生堂

THIS PAGE BLANK (USPTO)